

# EUROPEAN PATENT OFFICE

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 04223806  
PUBLICATION DATE : 13-08-92

APPLICATION DATE : 25-12-90  
APPLICATION NUMBER : 02418977

APPLICANT : MITSUBISHI MATERIALS CORP;

INVENTOR : ETO HIROYUKI;

INT.CL. : B23B 27/14 C23C 16/26 C30B 25/02 // C30B 29/04

TITLE : MANUFACTURE OF VAPOR PHASE-SYNTHESIZED DIAMOND-COATED CUTTING TOOL

ABSTRACT : PURPOSE: To provide a vapor phase-synthesized diamond-coated cutting tool excellent in peeling resistant property.

CONSTITUTION: In a manufacturing method of a diamond-coated cutting tool wherein on a surface of a base body consisting of any of ordinary cemented carbide, cermet and ceramics a diamond coated layer is formed by means of a vapor phase synthesizing method while inducing a reactive gas, a first diamond coated layer is at first formed by means of a vapor synthesizing method while a first mixed gas comprising an ordinary hydrocarbon gas and a hydrogen gas is being induced as a reactive gas, and next a second diamond-coated layer is formed by means of the vapor phase synthesizing method while a second mixed gas comprising a hydrocarbon gas, hydrogen gas and oxygen gas is being induced as a reactive gas.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

This Page Blank (uspto)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平4-223806

(43)公開日 平成4年(1992)8月13日

(51)Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 23 B 27/14	A	7632-3C		
C 23 C 16/26		7325-4K		
C 30 B 25/02	P	7821-4G		
// C 30 B 29/04	W	7821-4G		

審査請求 未請求 請求項の数2(全6頁)

(21)出願番号 特願平2-418977	(71)出願人 000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22)出願日 平成2年(1990)12月25日	(72)発明者 菊池 則文 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
	(72)発明者 江藤 浩之 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
	(74)代理人 弁理士 富田 和夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法

(57)【要約】

【目的】 耐剥離性の優れた気相合成ダイヤモンド被覆切削工具を提供する。

【構成】 通常の超硬合金、サーメット、セラミックスのうちのいずれかからなる基体の表面に、反応ガスを導入しながら気相合成法によりダイヤモンド被覆層を形成するダイヤモンド被覆切削工具の製造法において、まず、反応ガスとして通常の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる第一混合ガスを導入しながら気相合成法により第一ダイヤモンド被覆層を形成し、続いて、反応ガスとして炭化水素ガス、水素ガスおよび酸素ガスからなる第二混合ガスを導入しながら気相合成法により第二ダイヤモンド被覆層を形成する方法。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】通常の超硬合金、サーメット、セラミックスのうちのいずれかからなる基体の表面に、反応ガスを導入しながら気相合成法によりダイヤモンド被覆層を形成するダイヤモンド被覆切削工具の製造法において、先ず、反応ガスとして通常の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる第一混合ガスを導入しながら気相合成法により第一ダイヤモンド被覆層を形成し、続いて、反応ガスとして炭化水素ガス、水素ガスおよび酸素ガスからなる第二混合ガスを導入しながら気相合成法により第二ダイヤモンド被覆層を形成することを特徴とする気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法。

【請求項2】上記第二混合ガスに含まれる酸素ガスは、第二混合ガス導入当初は0.1～5モル%の範囲内にあり、気相合成終了時は1～10モル%の範囲内にあるように増加させながら導入されることを特徴とする請求項1記載の気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、耐剥離性に優れた気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】近年、通常の超硬合金、サーメット、セラミックスのうちのいずれかからなる基体の表面に、反応ガスとして炭化水素ガス、水素ガスおよび酸素ガスからなる混合ガスを導入しながら気相合成法によりダイヤモンド被覆層を形成するダイヤモンド被覆切削工具の製造法が提案されている。

【0003】この方法で作製されたダイヤモンド被覆層は、成長速度が速く、従来の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる混合ガスを導入しながら気相合成法によりダイヤモンド被覆層を形成する方法に比べて数倍から十倍の成長速度を示すと言われている(特開昭63-25478号公報、特開平1-290591号公報など参照)。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この方法で形成されたダイヤモンド被覆層のダイヤモンドは粒径が粗く切削性能は優れているが、反面、基体の表面に対する付着強度が弱く、特に断続切削に際して剥離しやすいために工具寿命が短いという課題があった。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは、かかる課題を解決すべく研究を行った結果、基体の表面に、先ず、反応ガスとして通常の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる混合ガス(以下、第一混合ガスという)を導入しながら気相合成法により粒径の小さなダイヤモンド被覆層(以下、第一ダイヤモンド被覆層という)を

形成し、続いて、反応ガスとして炭化水素ガス、水素ガスおよび酸素ガスからなる混合ガス(以下、第二混合ガスという)を導入しながら気相合成法により粒径の粗いダイヤモンド被覆層(以下、第二ダイヤモンド被覆層という)を形成すると、通常の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる第一混合ガスを導入しながら気相合成法により形成された第一ダイヤモンド被覆層は、粒径が小さいために、基体の表面に対する付着性が優れ、その上に酸素ガスを含む第二混合ガスを導入しながら気相合成法により粒径の粗い切削性の優れた第二ダイヤモンド被覆層を形成することにより基体表面に対する付着強度が優れかつ切削性の優れた工具寿命の長いダイヤモンド被覆切削工具を製造することができるという知見を得たのである。

【0006】この発明は、かかる知見に基づいて成されたものであって、通常の超硬合金、サーメット、セラミックスのうちのいずれかからなる基体の表面に、反応ガスを導入しながら気相合成法によりダイヤモンド被覆層を形成するダイヤモンド被覆切削工具の製造法において、先ず、反応ガスとして通常の炭化水素ガスおよび水素ガスからなる第一混合ガスを導入しながら気相合成法により第一ダイヤモンド被覆層を形成し、続いて、反応ガスとして炭化水素ガス、水素ガスおよび酸素ガスからなる第二混合ガスを導入しながら気相合成法により第二ダイヤモンド被覆層を形成する気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法に特徴を有するものである。

【0007】この場合、上記酸素ガスは、第二混合ガス導入当初は0.1～5モル%の範囲内にあり、ダイヤモンド気相合成終了時は1～10モル%の範囲内になるよう增加させながら導入すると、第一ダイヤモンド被覆層との境界ではダイヤモンド粒は微細となり、表面に近づくに従って粗くなるので好ましく、この増加のさせ方は、連続的または断続的のいずれかであっても良いが、連続的であるほうが好ましい。

【0008】上記第二混合ガス導入当初の酸素ガスの含有量が0.1モル%未満では、第一混合ガス導入により得られた第一ダイヤモンド層との差異が生じないほど微細になるので好ましくなく、一方、5モル%を越えると第二ダイヤモンド被覆層のダイヤモンド粒径が大きくなりすぎて、微細な第一ダイヤモンド被覆層との境界における粒径の差が生じ密着性が低下するので好ましくない。したがって、第二混合ガス導入当初の酸素ガスの含有量は、0.1～5モル%の範囲内に定めた。また、ダイヤモンド気相合成終了時の酸素ガスの含有量が1モル%未満では、粒径が細くなり、切削性および耐摩耗性が低下するので好ましくなく、一方、10モル%を越えるとダイヤモンド膜の成長が著しく遅くなるので好ましくない。したがって、ダイヤモンド気相合成終了時の第二混合ガス導入当初の酸素ガスの含有量は、1～10モル%の範囲内に定めた。

【0009】この発明の気相合成ダイヤモンド被覆切削工具の製造法に用いる基体は、一般に知られている超硬合金、サーメット、セラミックスのうちのいずれであつてもよい。

## 【0010】

【実施例】つぎに、この発明を実施例に基づいて具体的に説明する。

【0011】基体として、いずれも通常の条件で製造された市販のWC-1% (Ta, Nb) C-6%COからなる組成を有するISO規格SPGN120308のWC基超硬合金チップ、Ti(CN)-15%Mo-15%Niからなる組成を有するISO規格SPGN120308のTi(CN)基サーメットチップ、およびSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-3%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-6%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>からなる組成を有するISO規格SPGN120308のサイアロン基セラミックスチップを用意し、これらチップを、内径：5.0mm、長さ：1000mmの石英ガラスよりなる反応管内に設置し、これらチップの表面に、入力電力：600W、周波数：2.45GHz、反応圧力：50Torr. のマイクロ波プラズマ発生条件で、H<sub>2</sub>：100cc/min.、CH<sub>4</sub>：3cc/min. の第一混合ガスを20分間導入し、マイクロ波プラズマCVD法により平均層厚：0.3μmの第一ダイヤモンド被覆層を形成した。この第一ダイヤモンド被覆層のダイヤモンド粒平均粒径は0.1μmであった。

【0012】上記WC基超硬合金チップ、Ti(CN)基サーメットチップおよびサイアロン基セラミックスチップの各基体に、第一ダイヤモンド被覆層を形成し、つづいてマイクロ波プラズマ発生条件を変えずに、表1、表2および表3に示されるように、酸素ガスを増加する

10

20

30

ようく混合した第二混合ガスを導入し、平均層厚：4μmの第二ダイヤモンド被覆層を形成し、上記第二ダイヤモンド被覆層の最外面のダイヤモンド粒の平均粒径を測定してその結果を表4、表5および表6に示し、さらに、上記第一ダイヤモンド被覆層および第二ダイヤモンド被覆層を形成した実施例1～24および比較例1～9の気相合成ダイヤモンド被覆切削工具を用いて、

被削機：A1-18%Si

切削速度V：700m/min.、

切込みd：0.2mm.

送りSz：0.1mm/rev.、

の条件にて、湿式フライス切削試験を行い、被削切削工具のダイヤモンド被覆層がマクロな剥離をすることなく被削材の面精度が良好に切削できるまでの時間を測定し、その測定結果を表4、表5および表6に示した。

【0013】さらに比較のために、酸素ガスを含まない第一混合ガスを流すことなく最初から上記マイクロ波プラズマ発生条件を保持しつつ、H<sub>2</sub>：100cc/min.、CH<sub>4</sub>：5cc/min.、O<sub>2</sub>：3cc/min.からなる酸素ガスを含む混合ガスを上記石英ガラスよりなる反応管に流し、上記WC基超硬合金チップ、Ti(CN)基サーメットチップおよびサイアロン基セラミックスチップの表面に直接ダイヤモンド被覆層を平均層厚：4μmとなるよう形成し、従来例1～3の気相合成ダイヤモンド被覆切削工具を作製した。これら工具を用いて同様に湿式フライス切削試験を行い、被削切削工具のダイヤモンド被覆層がマクロな剥離を起すまでの時間を測定し、その結果も表3および表6に示した。

## 【0014】

【表1】

種別	基体の種類	第二混合ガス								
		導入当初の混合量 (cc/min.)			気相合成終了時の 混合量 (cc/min.)			二次混合ガス 導入時間 (時間)	O <sub>2</sub> の 増加率 (%)	
		H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>			
実 験 例	WC基超硬 合金チップ	100	3	11	100	3	1	4	10	
		~	10	5	~	10	10	7	2	
		~	10	1	~	10	5	4	1.7	
		~	5	1	~	5	2.5	8.5	1.5	
		~	10	4	~	10	7	4	1.75	
		~	10	2	~	10	4	2.5	2	
		~	3	1.5	~	3	1	6	4	
		~	10	3	~	10	1	5	2	
比 較 例		~	10	~	~	10	~	4.5	~	
		~	10	~	~	10	11	20	11	
		~	5	~	~	5	11	3	1.5	

(※印は、この発明の条件から外れた値を示す)

(4)

特開平4-223806

5

6

【0015】

【表2】

種別	基体の細部	第二混合ガス						$O_3$ の增加率(%)	
		導入当初の混合量(cc/min)			気相合成終了時の混合量(cc/min)				
		H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>		
実験例	Ti(CN) 基サーメット トチップ	100	1	0.2	100	3	1	1	5
		✓	11	✓	✓	10	10	1	1
		✓	11	1	✓	10	1	1	1
		✓	1	1	✓	5	1	4.5	1
		✓	10	4	✓	10	1	4.5	1
		✓	10	1	✓	10	1	2.5	1
		✓	3	0.5	✓	3	1	0	4
		✓	10	5	✓	10	9	5	5
		✓	10	5.5 <sup>※</sup>	✓	10	— <sup>※</sup>	5	—
		✓	10	— <sup>※</sup>	✓	10	11.5 <sup>※</sup>	15	11.5
比較例	6	✓	5	— <sup>※</sup>	✓	5	0.5 <sup>※</sup>	3	0.5

(※印は、この発明の条件から外れた値を示す)

【0016】

【表3】

種別	基体の細部	第二混合ガス						$O_3$ の増加率(%)	
		導入当初の混合量(cc/min)			気相合成終了時の混合量(cc/min)				
		H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	O <sub>2</sub>		
実験例	サイアロン 高セラミック タスチップ	✓	2	0.1	✓	2	1	0	10
		✓	10	5	✓	10	10	4.5	2
		✓	10	3	✓	10	0	4.5	2
		✓	5	1	✓	5	1	0	3
		✓	10	4	✓	10	1	4.5	2
		✓	10	1	✓	10	4	2.5	2
		✓	3	0.5	✓	3	1	0	4
		✓	10	3	✓	10	9	5	3
		✓	10	5.5 <sup>※</sup>	✓	10	— <sup>※</sup>	4.5	—
		✓	10	— <sup>※</sup>	✓	10	10.5 <sup>※</sup>	15	10.5
比較例	9	✓	5	— <sup>※</sup>	✓	5	0.5 <sup>※</sup>	3	0.5
		1	WC基板 合金属チップ					—	
		2	Ti(CN) 基サーメット トチップ					—	
実験法	3	サイアロン 高セラミック タスチップ						—	

(※印は、この発明の条件から外れた値を示す)

【表4】

【0017】

(5)

特開平4-223806

7

8

種別	基体の種類	第二ダイヤモンド 被覆層最外側の ダイヤモンド粒の 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	ダイヤモンド被覆層の マクロな剥離がなく 面精度良好にフライス 切削できる時間 (分)
実施例	WC基超硬 合金チップ	1.0	21
		1.1	31
		1.5	31
		1.5	40
		1.8	41
		2.3	31
		1.8	22
		1.0	28
比較例		0.8	6
		0.8	8
		0.7	6

【0018】

20 【表5】

種別	基体の種類	第二ダイヤモンド 被覆層最外側の ダイヤモンド粒の 平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	ダイヤモンド被覆層の マクロな剥離がなく 面精度良好にフライス 切削できる時間 (分)
実施例	Ti(CN) 基サーメットチップ	2.1	21
		1.1	31
		4.1	31
		2.1	31
		1.1	40
		2.1	32
		1.0	10
		2.0	16
比較例		0.4	4
		0.8	6
		0.7	4

【0019】

40 【表6】

9

10

種別	基体の種類	第二ダイヤモンド被覆層外面の ダイヤモンド粒の 平均粒径 (μm)	ダイヤモンド被覆層の マクロな剥離がなく 面精度良好にフライス 切削できる時間 (分)
実 験 例	サイアロン基 セラミックスチップ	2.7	11
		1.0	48
		4.2	36
		2.1	42
		3.7	46
		2.1	38
		3.0	32
		2.2	40
		0.5	6
		6.2	8
比 較 例	WC基複合チップ	0.8	6
		2.6	2
		2.6	2
従 来 例	Ti(CN)基 サーメットチップ	2.7	2
		2.7	2
		2.7	2

## 【0020】

【発明の効果】表1～表6に示された測定結果から、本発明法によると、従来ダイヤモンド被覆切削工具よりもダイヤモンド被覆層が剥離することのない被削材の面精度が良好に切削できる時間の長い気相合成ダイヤモンド被覆切削工具を提供することができることがわかる。しかし、この発明の条件から外れた比較ダイヤモンド被覆

チップ1～9（この発明の条件から外れた値に※印を付して示した。）は、ダイヤモンド被覆層の付着強度が低下することがわかる。

【0021】この発明の製造法によると優れたダイヤモンド被覆切削工具を提供することができ、産業上優れた効果を奏すものである。